

**PATENT ABSTRACTS OF JAPAN**

(11)Publication number : 2000-247788

(43)Date of publication of application : 12.09.2000

(51)Int.Cl.

C30B 29/06  
H01L 21/208

(21)Application number : 11-051782

(71)Applicant : SHIN ETSU HANDOTAI CO LTD

(22)Date of filing : 26.02.1999

(72)Inventor : ISHIZUKA TORU  
MIYAHARA YUICHI  
FUSEGAWA IZUMI  
OTA TOMOHIKO**(54) PRODUCTION OF SILICON SINGLE CRYSTAL****(57)Abstract:**

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To provide a method for industrially and inexpensively producing a high-quality silicon single crystal, capable of prolonging the life of a quartz crucible by suppressing deterioration of the inside surface of the quartz crucible, reducing crucible number per pulling up a single crystal rod by preventing dislocation generated together with deterioration of the crucible and improving yield and productivity by reducing time required for exchange of the crucible.

**SOLUTION:** In this method for producing a silicon single crystal by pulling up a single crystal rod and growing the single crystal according to Czochralski method applied with magnetic field, a time required for producing the silicon single crystal by using a same quartz crucible is  $\geq 100$  hr and a magnetic field strength of horizontal component in horizontal magnetic field distribution applied or cusp type magnetic field distribution applied is  $\geq 500$  Gauss at a position at which silicon melt surface is perpendicular to side wall of a quartz crucible.

**LEGAL STATUS**

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号  
特開2000-247788  
(P2000-247788A)

(43) 公開日 平成12年9月12日 (2000.9.12)

(51) Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テームコード (参考)
C 3 0 B 29/06	5 0 2	C 3 0 B 29/06	5 0 2 G 4 G 0 7 7
H 0 1 L 21/208		H 0 1 L 21/208	P 5 F 0 5 3

審査請求 未請求 請求項の数 5 O L (全 6 頁)

(21) 出願番号 特願平11-51782

(22) 出願日 平成11年2月26日 (1999.2.26)

(71) 出願人 000190149

信越半導体株式会社

東京都千代田区丸の内1丁目4番2号

(72) 発明者 石塚 徹

福島県西白河郡西郷村大字小田倉字大平

150番地 信越半導体株式会社半導体白河  
研究所内

(72) 発明者 宮原 祐一

福井県武生市北府2丁目13番50号 信越半  
導体株式会社武生工場内

(74) 代理人 100102532

弁理士 好宮 幹夫

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 シリコン単結晶の製造方法

(57) 【要約】

【課題】 石英ルツボ内表面の劣化を抑制してルツボの寿命を延ばし、ルツボの劣化に伴って発生する有転位化を防止して、引上げ単結晶棒1本当りのルツボ個数を減少させ、かつルツボ交換に要する時間を削減して、歩留りと生産性の向上を図り、工業的に安価で高品質なシリコン単結晶の製造方法を提供する。

【解決手段】 磁場を印加するチョクラルスキー法により、単結晶棒を引上げて成長させるシリコン単結晶の製造方法において、同一の石英ルツボを用いてシリコン単結晶を製造する時間が100時間以上で、印加する水平磁場分布またはカスプ型磁場分布における水平成分磁場強度が、シリコン融液面と石英ルツボ側壁との直交する位置で500 Gauss以上であるシリコン単結晶の製造方法。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 磁場を印加するチョクラスキー法により、単結晶棒を引上げて成長させるシリコン単結晶の製造方法において、同一の石英ルツボを用いてシリコン単結晶を製造する時間が、100時間以上であることを特徴とするシリコン単結晶の製造方法。

【請求項2】 前記印加する磁場が、ルツボ内のシリコン融液に対して水平の磁場分布を形成するものであることを特徴とする請求項1に記載したシリコン単結晶の製造方法。

【請求項3】 前記印加する磁場が、ルツボ内のシリコン融液に対してカスプ型の磁場分布を形成するものであることを特徴とする請求項1に記載したシリコン単結晶の製造方法。

【請求項4】 前記水平の磁場分布またはカスプ型の磁場分布における水平成分磁場強度が、シリコン融液面と石英ルツボ側壁との直交する位置で500 Gauss以上であることを特徴とする請求項1ないし請求項3のいずれか1項に記載したシリコン単結晶の製造方法。

【請求項5】 請求項1ないし請求項4のいずれか1項に記載したシリコン単結晶の製造方法において、引上げ速度を0.2~0.8 mm/minとすることを特徴とするシリコン単結晶の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、チョクラスキー法(Czochralski Method、CZ法)による引上げ装置のルツボ内に収納したシリコン融液に磁場を印加しつつ、融液からシリコン単結晶を引上げるMCZ法(Magnetic field applied Czochralski Method)に関し、より詳しくは、MCZ法によるシリコン単結晶製造に用いる石英ルツボの内表面の劣化を防止してシリコン単結晶を製造する方法に関する。

## 【0002】

【従来の技術】半導体素子の製造に用いられるシリコン単結晶ウェーハは、主に直径の大口径化に有効なCZ法により製造されている。さらに近年では素子の高集積化に伴うチップサイズの大型化への対応として大直径シリコン単結晶の製造が求められている(NIKKEI MICRODEVICES 1992,11)。ここで、CZ法によるシリコン単結晶の製造においては、石英ルツボ内に充填した多結晶シリコンを溶解し、その融液からシリコン単結晶を製造するので、石英ルツボの内表面は高温のシリコン融液に曝される。その結果、クリストバライトと呼ばれるシリコン融液に対して難溶性の物質がルツボ内表面に形成され、これがシリコン単結晶成長中に石英ルツボ内表面から剥離し、シリコン融液中に放出される。この剥離した難溶性物質が育成中のシリコン単結晶の成長界面に付着すると、熱歪み等を緩和するために転位が導入され、結晶が有転位化することとなっている。

【0003】このため、同一の石英ルツボからシリコン原料多結晶をリチャージすることにより複数本のシリコン単結晶棒を連続的に製造するマルチブリーング法(Fumio Shimura, Semiconductor Silicon Crystal Technology, p.178~p.179, 1989)等では石英ルツボの寿命の点から得られるシリコン単結晶棒の本数に限りがあった。

【0004】また、最近では、例えば特開平6-56588号公報に開示されているように、シリコン単結晶中のグロウンイン欠陥低減のために、シリコン単結晶製造中の育成速度を従来の1.0 mm/minから0.8 mm/min以下に低下させることによりシリコン単結晶の品質を向上させる方法が開示されている。しかし、シリコン単結晶の成長速度を低下させることにより製造時間が伸び、従って、石英ルツボ内表面の劣化が進行してしまう。そのために有転位トラブルが起こり易く、結晶の歩留りが悪くなり、製造コストが高くなるという問題が発生してきた。

【0005】一方、MCZ法による石英ルツボ内表面の劣化抑制については、例えば、特開平8-333191号公報に開示されているように、水平磁場を印加して石英ルツボ内のシリコン融液の対流を抑制することにより、融液が石英ルツボを溶解侵食し難くなり、ルツボの寿命が伸びることが示唆されているが、その具体的な条件等の記載はなされていない。

【0006】さらに、カスプ型MCZ法については、例えば、特開平3-505442号公報等に開示されているように、シリコンメルトと結晶成長界面の磁場強度を弱くすることが記載されているに過ぎない。

## 【0007】

【発明が解決しようとする課題】そこで、本発明はこのような従来の問題点を鑑みてなされたもので、本発明の目的は、磁場を印加するCZ法によるシリコン単結晶の製造において、石英ルツボの寿命を延ばし、マルチブリーングでの石英ルツボ1個における引上げ単結晶本数が増えることにより石英ルツボの原単位を減少させ、かつ石英ルツボの交換に要する時間を削減することにより、工業的に安価なシリコン単結晶の製造方法を提供することにある。さらに、低速成長による高品質シリコン単結晶の製造時に、石英ルツボの寿命を長くして高品質シリコン単結晶を効率的に製造する方法を提供することも目的とする。

## 【0008】

【課題を解決するための手段】上記課題を解決するため本発明の請求項1に記載した発明は、磁場を印加するチョクラスキー法により、単結晶棒を引上げて成長させるシリコン単結晶の製造方法において、同一の石英ルツボを用いてシリコン単結晶を製造する時間が、100時間以上であることを特徴とするシリコン単結晶の製造方法である。

【0009】このように、MCZ法により石英ルツボ内

のシリコン融液に対して磁場を印加すれば石英ルツボ内表面の劣化が著しく抑制され、石英ルツボの寿命が長くなり、石英ルツボを用いてシリコン単結晶を製造する時間を100時間以上に長期安定化することができる。従って、有転位シリコン単結晶が発生することは殆ど無くなり、無転位シリコン単結晶の歩留りと生産性の向上を図るとともに、コストを著しく改善することができる。

【0010】そしてこの場合、請求項2に記載したように、引上げ装置の左右に電磁石を対象に配置することにより印加する磁場を、ルツボ内のシリコン融液に対して水平の磁場分布を形成するものとすることができる。このようにルツボ内のシリコン融液に対して水平磁場を印加すれば、融液の対流が抑制され、石英ルツボ内表面を侵食する力が減殺され、劣化の進行が抑えられる。従って、石英の劣化により剥離した難溶性物質が単結晶に付着して単結晶が乱れ、有転位化して多結晶成長になってしまう等の操作性の悪化を防止することができる。また、石英ルツボの寿命が著しく改善されたため、石英ルツボの交換頻度が減少し、単結晶棒当りの石英ルツボ原単位が低減し、コストダウンを図ることができる。

【0011】さらにこの石英ルツボの劣化防止の効果については、請求項3に記載したように、引上げ装置の周囲に電磁石を上下に配置することにより印加する磁場を、ルツボ内のシリコン融液に対してカスプ型の磁場分布を形成するものとすることができる。このようにカスプ型磁場によっても水平磁場とほぼ同等の石英ルツボ内表面劣化防止効果が発揮され、無転位化シリコン単結晶の歩留りと生産性の向上を図り、コストの大幅な改善が可能となる。

【0012】そして、本発明の請求項4に記載した発明は、水平の磁場分布またはカスプ型の磁場分布における水平成分磁場強度を、シリコン融液面が石英ルツボ側壁と直交する位置で500 Gauss（以下、Gと略することがある）以上とすることが望ましい。このように、水平磁場を印加する場合も、あるいはカスプ型磁場を印加する場合も、各水平成分磁場強度を、シリコン融液面が石英ルツボ側壁と直交する位置で500 Gauss以上とすることが望ましく、このようにすれば、石英ルツボ内表面の劣化の進行を確実に抑制することができ、石英ルツボの寿命を100時間以上と長期安定化することができる。

【0013】次に、本発明の請求項5に記載した発明は、シリコン単結晶の製造方法において、引上げ速度を0.2~0.8 mm/minとすることができる。本発明では、通常の引上げ速度である1 mm/min前後でも所望の効果を挙げているが、引上げ速度をこのような0.2~0.8 mm/minの低速範囲内に制御して単結晶を製造しても、前記印加する適切な水平成分磁場強度と相まって、石英ルツボ内表面の劣化が抑制され、操業時間を長くすることができるので、無転位シリコン単

結晶棒が得られる本数率が向上し、生産性が大幅に改善されると共に、結晶全面に亘って極低欠陥密度で、酸化膜耐圧特性を向上させたシリコン単結晶を製造することができる。

【0014】

【発明の実施の形態】以下、本発明の実施の形態を説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。本発明者らは、CZ法によるシリコン単結晶の成長に際し、石英ルツボの内表面が高温のシリコン融液によって侵食され、クリストバライトを生成してこれが剥離し、単結晶表面に付着して転位が発生し、無転位化本数率が上がらない現象を調査、究明した所、MCZ法を適用した場合に、シリコン融液面に印加される磁場の種類や磁場強度が深く関係していることを見出し、詳細に条件を詰めて本発明を完成させた。

【0015】（テスト1）先ず、図1に示したカスプ型磁場装置を装備したシリコン単結晶の製造装置を使用して、マルチブーリング法により、複数の単結晶棒を引上げ、石英ルツボの内表面の状態を観察した。口径24インチ（610 mm）の石英ルツボに多結晶150 kgを仕込み、加熱熔融してシリコン融液を形成させた後、カスプ型磁場の水平成分磁場強度をシリコン融液面と石英ルツボ側壁とが直交する位置で1500 Gとなるように磁場発生装置制御盤によって設定した。不活性ガスとしてArを100 L/min流し、シリコン融液に種結晶を浸し、種絞りを経て直径200 mmのシリコン単結晶を育成した。出来た結晶棒を取り出した後、さらに育成した単結晶と同量の原料多結晶を石英ルツボに仕込み、単結晶の育成を繰り返し、同一の石英ルツボから4本の単結晶棒を引上げた。

【0016】こうして、カスプ型磁場を印加してシリコン単結晶を製造した後の石英ルツボ内表面の状態を図2（a）に示した。また、磁場を印加しなかった以外は上記と同様の条件により単結晶棒1本を引上げた後の石英ルツボの内表面の状態を図2（b）に示した。図2

（a）では、シリコン単結晶を4本製造したにもかかわらず、石英ルツボの内表面は滑らかであり、劣化が抑制されているのが判る。一方、図2（b）では、単結晶を1本製造しただけなのに、石英ルツボの内表面は凹凸が激しく、劣化が進行している様子が明白である。

【0017】（テスト2）次に、水平成分磁場強度の石英ルツボ内表面の劣化に対する影響を調査した。ここで、石英ルツボ内表面の単位面積当りの滑らかな部分と凹凸部分の面積を測定し、劣化度として凹凸部分の面積比率を算出し指標とした。例えば、測定面積に対して半分が凹凸部分であれば、劣化度は50%である。

【0018】シリコン融液面と石英ルツボ側壁とが直交する位置での水平成分磁場強度を0~6000 Gの範囲として単結晶を製造した。水平磁場を印加した場合は、180~6000 Gとし、カスプ型磁場を印加した場合

は、300～1500Gとした。水平成分磁場強度を上記とした他、単結晶製造の作業時間を100時間一定とした以外は、テスト1と同じ条件下で単結晶を製造し、作業後の石英ルツボ内表面の劣化度を評価した。

【0019】評価の結果を図3に示した。図3より石英ルツボ内表面の劣化度が10%以下を基準とした場合、水平磁場、カスプ型磁場ともに500G以上となった。これより、石英ルツボの劣化度が少ない、すなわち石英ルツボの寿命が長い水平成分磁場強度の領域は、500G以上であることが判った。

【0020】(テスト3)次いで、石英ルツボの内表面の劣化度に対する作業時間の影響を調査した。石英ルツボ側壁と融液面が直交する位置での水平成分磁場強度が0～4000Gの範囲で単結晶製造試験を行った。水平磁場を印加した場合は、単結晶製造時間が75～250時間の範囲で実施し、カスプ型磁場を印加した場合は、70～200時間の範囲で単結晶を製造した以外は、テスト1と同じ条件下で単結晶を製造し、作業後の石英ルツボ内表面の劣化度を評価した。

【0021】評価の結果を図4に示した。図4より磁場を印加しない場合でも、50時間以内では石英ルツボ内表面の劣化度が30%以下であるが、50時間を越えると急速に劣化が進行し、単結晶の製造が困難になった。これに対して、水平磁場あるいはカスプ型磁場を印加した場合には、水平成分磁場強度が500G以上の条件で\*

\* 石英ルツボ内表面の劣化度が10%以下と安定しており、製造時間を180時間まで作業しても劣化が見られなかった。従って、石英ルツボ側壁と融液面とが直交する位置での水平成分磁場強度を500G以上とすることにより100時間以上製造時間が経過しても石英ルツボ内表面に劣化が起こらないことが判った。

【0022】(テスト4)カスプ型磁場装置を装備したシリコン単結晶の製造装置を用い、口径24インチの石英ルツボに多結晶を150kg仕込み、マルチブリーング法により直径200mmのシリコン単結晶の製造を行った。製造条件は、通常の定径部の成長速度が1.0mm/minにて、磁場無し、300G、500G、1500Gの四水準にて実施した。また、水平成分磁場強度が1500Gの場合には、製造時間が長くなる定径部の成長速度が0.4mm/minの低速成長の製造テストも実施した。

【0023】シリコン単結晶製造試験の結果を表1に示した。表1より、水平成分磁場強度が500G以上の場合には無転位シリコン単結晶棒が得られる本数率が向上し、生産性が大きく改善された。また、製造時間が長くなる低速成長単結晶の製造においても、無転位シリコン単結晶が得られる本数率が向上し、本発明の有効性を確認することができた。

【0024】

【表1】

製造条件 結果	通常成長速度 (1mm/min)				低速成長速度 (0.4mm/min)
	磁場なし	300G	500G	1500G	1500G
ルツボ当りの単結晶棒製造本数	3	3	4	4	2
製造時間(磁場なしを1)	1	1	1.33	1.33	1.67
無転位単結晶棒本数率(%)	20	50	88	92	88
無転位単結晶の収率(%)	55	64	76	78	75

【0025】以上、説明したように、本発明の水平磁場あるいはカスプ型磁場を印加するCZ法により、単結晶棒を成長させるシリコン単結晶の製造方法における特徴は、シリコン融液面とルツボ側壁とが直交する位置において、水平磁場分布あるいはカスプ型磁場分布における水平成分磁場強度を500G以上とすれば、石英ルツボ内表面の劣化の進行が抑制されて石英ルツボの寿命が100時間以上にもなり、単結晶品質面においても、有転位トラブルが殆ど発生せず、シリコン単結晶の歩留りと生産性の向上を図ることができると共に、大幅なコストダウンが可能になったことにある。

【0026】次に、本発明で使用するカスプ型磁場を印

加するCZ法による単結晶引上げ装置の構成例を図1により説明する。図1に示すように、この単結晶引上げ装置は、チャンバー1と、チャンバー1中に設けられたシリコン融液(湯)4を収容する石英ルツボ6と、石英ルツボ6を支える黒鉛サセプター(ルツボ)7と、黒鉛サセプター7の周囲に配置された黒鉛ヒータ8と、石英ルツボ6を回転させるルツボ回転軸10及びその回転機構(図示せず)と、シリコンの種結晶13を保持する種保持具12と、種保持具12を引上げるワイヤー11と、ワイヤー11を回転又は巻き取る巻取機構(図示せず)を備えて構成されている。また、黒鉛ヒータ8の外側周囲には断熱材9が配置されている。そして、チャンバー

1の外側に、カスプ型磁場発生装置用電磁石2a、2bをルツボ回転軸10を中心として軸対称の上下に設置し、電磁石コイルにはそれぞれ逆方向の電流を流してカスプ型磁場を発生させ、磁場発生装置制御盤3により磁場強度を制御してもよい。

【0027】本発明では上記カスプ型磁場とは別に、水平磁場の印加も有効であり、磁場発生装置用電磁石2a、2bをルツボ回転軸10に対して左右対称に設置し、磁場発生装置制御盤3により磁場強度を制御している。

【0028】次に、上記のカスプ型磁場を印加するCZ法の単結晶引上げ装置による単結晶育成方法について説明する。まず、カスプ型磁場発生装置用電磁石2a、2bを所定の位置に昇降機構（不図示）により配置する。次に、石英ルツボ6内でシリコンの高純度多結晶原料を融点（約1420℃）以上に加熱して融解する。そして、カスプ型磁場を印加し、不活性ガスとしてArガスを不活性ガス導入管15より導入しチャンパー1内をガス置換し排気管16より排出させる。続いてワイヤー11を巻き出すことにより融液4の表面略中心部に種結晶13の先端を接触又は浸漬させる。その後、ルツボ回転軸10を適宜の方向に回転させるとともに、ワイヤー11を回転させながら巻き取り、種結晶13を引上げることにより、シリコン単結晶5の育成が開始される。以後、引上げ速度と温度を適切に調節することにより略円柱形状の単結晶棒を得ることができる。

【0029】以上のように、上記で説明した製造方法と装置によって製造されたシリコン単結晶において、本発明の水平磁場あるいはカスプ型磁場により適切な水平成分磁場強度を印加するCZ法の適切な条件下に成長させれば、石英ルツボ内表面の劣化は殆ど進行せず、同一石英ルツボを用いてシリコン単結晶を製造する時間が100時間以上になり、複数本の単結晶棒を無転位で製造することができ、生産性と歩留りの向上を図ることができる。

【0030】なお、本発明は、上記実施形態に限定されるものではない。上記実施形態は、例示であり、本発明の特許請求の範囲に記載された技術的思想と実質的に同一な構成を有し、同様な作用効果を奏するものは、いかなるものであっても本発明の技術的範囲に包含される。

【0031】例えば、本発明の実施形態では、直径20

0mm（8インチ）のシリコン単結晶棒を育成しているが、近年の250mm（10インチ）～400mm（16インチ）あるいはそれ以上の大直径化にも十分対応することができる。

【0032】

【発明の効果】以上説明したように、本発明の同一の石英ルツボを用いる操作時間を100時間以上に出来る水平磁場あるいはカスプ型磁場により適切な水平成分磁場強度を印加するCZ法によってシリコン単結晶棒を引上げれば、石英ルツボ内表面の劣化は殆ど進行せず、ルツボの寿命は長期安定化するので、複数本の単結晶棒を無転位で連続的に製造することができ、生産性と歩留りの向上を図ることが出来るとともに、大幅なコストダウンを達成することができる。

【0033】さらに、引上げ速度を0.2～0.8mm/minの低速範囲内に制御して単結晶を製造しても、前記印加する適切な水平成分磁場強度と相まって、石英ルツボ内表面の劣化が抑制され、ルツボの寿命が長くなり、無転位シリコン単結晶棒が得られる本数率が向上し、生産性が大幅に改善されると共に、結晶全面に互って極低欠陥密度で、高い酸化膜耐圧特性を有するシリコン単結晶を製造することができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明で使用するカスプ型磁場装置を装備した単結晶製造装置の要部構造を示す概略構成図である。

【図2】シリコン単結晶製造後の石英ルツボ内表面の劣化状態を示す図である。

（a）カスプ型磁場を印加した場合、（b）磁場印加なし。

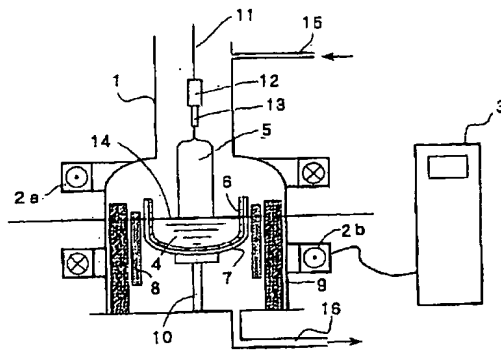
【図3】石英ルツボ内表面の劣化度と水平成分磁場強度との関係を示す図である。

【図4】石英ルツボ内表面の劣化度とシリコン単結晶製造時間との関係を示す図である。

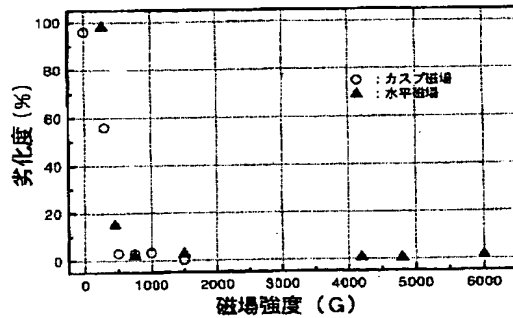
【符号の説明】

1…チャンパー、2a、2b…カスプ型磁場発生装置用電磁石、3…磁場発生装置制御盤、4…シリコン融液、5…シリコン単結晶、6…石英ルツボ、7…黒鉛サセプター、8…黒鉛ヒータ、9…断熱材、10…ルツボ回転軸、11…ワイヤー、12…種保持具、13…種結晶、14…シリコン融液表面、15…不活性ガス導入管、16…排気管。

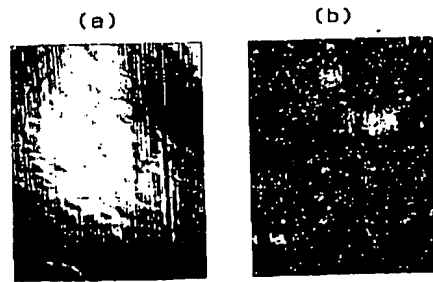
【図1】



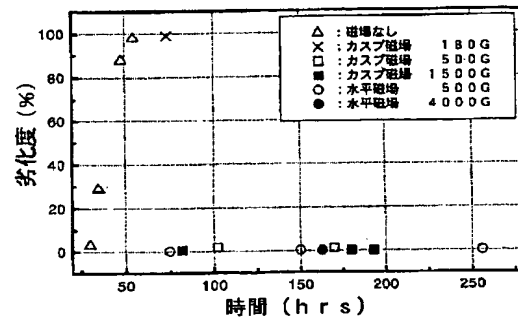
【図3】



【図2】



【図4】



フロントページの続き

(72)発明者 布施川 泉  
 福島県西白河郡西郷村大字小田倉字大平  
 150番地 信越半導体株式会社半導体白河  
 研究所内

(72)発明者 太田 友彦  
 福島県西白河郡西郷村大字小田倉字大平  
 150番地 信越半導体株式会社半導体白河  
 研究所内

F ターム(参考) 4G077 AA02 BA04 CF10 EH09 EJ02  
 PF42 RA03  
 5F053 AA12 AA13 AA14 BB04 BB08  
 BB13 DD01 FF04 GG01 HH10  
 RR03 RR07